

GÁZKROMATOGRÁFIA

1. A gázkromatográfia alapjai

A **kromatográfias eljárások célja** valamely összetett elegy komponenseinek szétválasztása, alapja a komponensek két fázis közötti ismételt megoszlása. Az elválasztás a komponensek eltérő megoszlási hányadosa következtében jön létre. Az egyéb megoszláson alapuló elválasztási folyamatoktól (pl.: folyadék-folyadék extrakció, desztilláció) a kromatográfias eljárások abban különböznek, hogy a két egymással nem elegyedő fázis közül az egyik mozgásban van (**mozgófázis**), míg a másik helyhez kötött (**állófázis**). A gázkromatográfiában a mozgó fázis mindig gáz, az állófázis pedig lehet szilárd (gáz-szilárd **adszorpciós kromatográfia**) vagy folyadék (gáz-folyadék **megoszlási kromatográfia**) is. A gyakorlatban ez utóbbi a leggyakrabban alkalmazott. A folyadék állófázist vagy előzőleg egy inert felületű szemcsés anyagra juttatják, s az így nyert töltetet teszik a kolonnába (**töltetes oszlop**), vagy a kolonna belső falára viszik fel vékony filmként (**kapilláris oszlop**). Gázkromatográfiásan vizsgálhatók azok az anyagok, amelyek max. 400°C-on bomlás nélkül elpárologtathatók.

A **gázkromatográf fő részei** a gázrendszer, az injektor, az oszlop (kolonna), a detektor, és az adatfeldolgozó rendszer. Mérés közben az oszlop termosztált térben van elhelyezve az injektor és a detektor között. A vivőgáz (mozgófázis vagy eluens) folyamatosan áramlik az oszlopon. Az injektor ebbe az áramba juttatja be az elpárologtatott vizsgálandó mintát, melynek komponenseit a vivőgáz eltérő idő alatt kiöblíti az oszlopról. A kiáramló (eluálódó) anyagokat a detektor folyamatosan érzékeli és a minta komponenseinek mennyiségével arányos jelet szolgáltat, melyet az adatfeldolgozó rendszer az injektálás pillanatától eltelt idő függvényében regisztrál. Az így nyert görbe a kromatogram.

Injektorok:

A hatékony elválasztás megkívánja, hogy a mintaadagolás pillanatszerű legyen, a minta keskeny dugó formájában kerüljön a kolonnára. Ennek érdekében különböző injektortípusokat fejlesztettek ki. Néhány a leggyakrabban alkalmazott típusok közül:

- On column (töltetes és wide-bore (0,53mm, vagy nagyobb belső átmérőjű kapilláris) oszlopok esetén alkalmazható fűthető injektor)
- Split-splitless (kapilláris oszlopok esetén)
 - Split: az injektált mintának csak egy része kerül ténylegesen az oszlopra, hogy a kis átmérőjű kapilláris oszlopra pillanatszerű legyen az injektálás; a felesleget erős gázáram fújja ki az injektorból
 - Splitless: igen alacsony koncentrációk esetén alkalmazzák, ilyenkor a teljes beinjektált mennyiség az oszlopra kerül

- Programozottan fűthető (PTV) (pl. hőérzékeny vegyületek, illetve oldószerelpárologtatásos technika esetén)

Oszlopok:

Mint említettük, léteznek töltetes és kapilláris oszlopok. Napjainkban főként az utóbbiakat alkalmazzák. Átmérőjük lehet 0,10; 0,25; 0,32; ill. 0,53 mm, a felvitt folyadékfilm vastagsága (filmvastagság) pedig 0,1-5,0 µm közötti. Mérés közben az oszlop termosztált térben van elhelyezve. (A reprodukálhatóság érdekében követelmény, hogy a termosztát a hőmérsékletet 0,1°C pontossággal tartsa.) Aszerint, hogy a kolonna hőmérséklete állandó, vagy valamilyen program szerint változik, beszélünk **izoterm**, illetve **hőmérsékletprogramozott gázkromatográfiáról**. Mivel a komponensek elválása a kolonnában végbemenő folyamatok következménye, ezért a megfelelő elválasztás érdekében az állófázist, az oszlop hosszát, átmérőjét és filmvastagságát az elválasztandó komponensek tulajdonságainak (polaritás, illékonyág...) és mennyiségének megfelelően kell kiválasztani.

Detektorok:

Néhány fontosabb típus:

- Lángionizációs detektor (FID)
 - Az egyik legelterjedtebben használt általános detektor, elsősorban a C-H kötésre ad jelet.
- Tömegspektrométer (MS)
 - Napjainkban egyre inkább elterjedt, a komponensek azonosítására is alkalmas univerzális detektor.
- Hővezetőképességi detektor (TCD)
 - A mai gyakorlatban kevésbé használják, főként elemi gázok meghatározásában van jelentősége.
- Specifikus detektorok
 - Egy-egy vegyületcsoport különösen nagy érzékenységgű mérését teszik lehetővé, pl.
 - Elektronbefogásos detektor (ECD)
 - Nitrogén-foszfor detektor (NPD)

A gázkromatográfiás folyamatok matematikai leírása

Egy adott komponens **retenciós idejének** (t_R) az injektálástól a detektálásig (a csúc maximum megjelenéséig) eltelt időt nevezzük. A vivőgázban valamennyi komponens azonos időt tölt el. Azok a komponensek, amelyek nem lépnek kölcsönhatásba az állófázissal egyszerűen áthaladnak a vivőgázzal az oszlopon, áthaladási idejük („retenciós idejük”) a **haldidő** (t_0), amit a kolonna hossza és a vivőgáz áramlási sebessége határoz meg. (Ez utóbbi természetesen függ a kolonna hőmérsékletétől.) A állófázissal kölcsönhatásba lépő komponensek a megoszlási hányadosuknak (K) megfelelően hosszabb-rövidebb időt töltenek az állófázisban.

$$K_i = \frac{C_{i(\text{állófázis})}}{C_{i(\text{vivőgáz})}}$$

K_i : Az i-edik komponens **megoszlási hányadosa**

$C_{i(\text{állófázis})}$: Az i-edik komponens egyensúlyi koncentrációja az állófázisban

$C_{i(\text{vivőgáz})}$: Az i-edik komponens egyensúlyi koncentrációja a vivőgázban

A megoszlási hányados az egyes komponensek állófázishoz való affinitását jellemzi egy adott hőmérsékleten. Minél nagyobb K értéke egy adott komponensre nézve annál több időt tölt ez a komponens az állófázisban, azaz annál nagyobb a retenciós ideje. Tehát az egyszerre injektált komponensek eltérő idő elteltével érik el a az oszlop végét, így jöhet létre az elválasztás. Míg a vivőgázban eltöltött idő a haldidővel jellemezhető, addig az állófázisban eltöltött időt a **korrigált retenciós idő** (t_R') adja meg.

$$t_R' = t_R - t_0$$

Ezt a haldidőre vonatkoztatva kapjuk meg az ún. **retenciós tényezőt** (k).

$$k_i = \frac{t_{Ri}'}{t_0}$$

k_i : Az i-edik komponens retenciós tényezője

t_{Ri}' : Az i-edik komponens korrigált retenciós ideje

Ez az érték megadható a komponenseknek a két fázisban kialakuló tömegarányával is:

$$k_i = \frac{m_{i(\text{állófázis})}}{m_{i(\text{vivőgáz})}}$$

$m_{i(\text{állófázis})}$: Az i-edik komponens tömege az állófázisban

$m_{i(\text{vivőgáz})}$: Az i-edik komponens tömege a vivőgázban

A megoszlási hányadosot részletesebben kifejtve:

$$K_i = \frac{C_{i(\text{állófázis})}}{C_{i(\text{vivőgáz})}} = \frac{m_{i(\text{állófázis})} \cdot V_{\text{vivőgáz}}}{m_{i(\text{vivőgáz})} \cdot V_{\text{állófázis}}} = k_i \beta$$

$V_{\text{vivőgáz}}$: Az oszlopot kitöltő vivőgáz térfogata

$V_{\text{állófázis}}$: Az oszlop állófázisának a térfogata

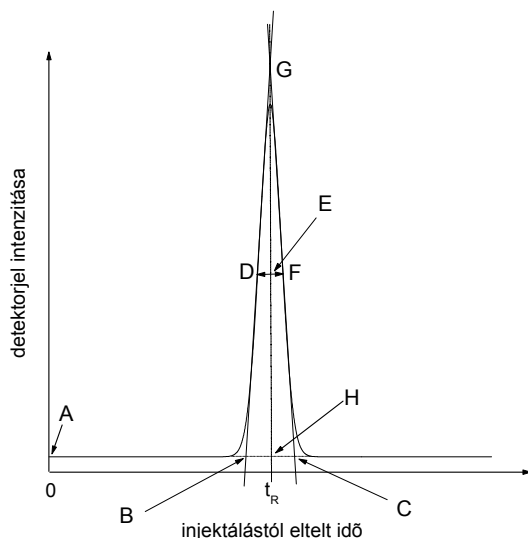
$\beta = \frac{V_{\text{vivőgáz}}}{V_{\text{állófázis}}}$: Az oszlopot jellemző **fázisarány**

Az eddig bevezetett megoszlási hányados (K) és retenciós tényező (k) egy adott komponensnek és az állófázisnak a viszonyát jellemezték csak. Az elválasztás feltétele, hogy az elválasztandó komponensek K ill. k értékei egymástól eltérőek legyenek. Két konkrét komponensnek és az állófázisnak a viszonyát (más szavakkal, hogy az adott fázis mennyire tud különbséget tenni a két komponens között) a **szелеktivitási tényezővel** (α) vagy más néven elválasztási együtthatóval jellemezhetjük.

$$\alpha_{1,2} = \frac{K_2}{K_1} = \frac{k_2}{k_1} = \frac{t_{R2}'}{t_{R1}'}$$

α -val kifejezve tehát az elválasztásnak feltétele, hogy $\alpha \neq 1$.

Ideális esetben a nagy sebességgel beinjektált minta komponensei csak nagyon szűk sávot töltenek ki a kolonnán és igen keskeny, Gauss-görbe alakú csúcsként detektálhatók.



1. ábra: Az ideális kromatográfiás csúcs

ABC egyenes: alapvonal

BC szakasz: w_b , azaz a csúcs alap-vonalon mért szélessége

HG szakasz: csúcsmagasság

DF szakasz: w_h , azaz csúcsmagasság felénél mért ún. csúcs félérték-szélesség (HE=EG)

$$w_b = \sqrt{\frac{2}{\ln 2}} \cdot w_h$$

A gyakorlatban a kezdeti szűk sáv számos fizikai folyamat (pl. hosszirányú diffúzió) révén kiszélesedik. Ennek következtében, ha két komponens retenciós ideje el is tér egymástól a diffúzió okozta átfedés miatt nem biztos, hogy a kolonna végéig érve is teljesen el tudnak különülni. Az elválasztás másik feltétele tehát, hogy a kolonnában óhatatlanul végbemenő **csúcskiszélesedés** nem lehet túl nagy mértékű. Míg a megoszlási hányadosok ill. a retenciós tényezők közti különbségek és a szelektivitási tényező az állófázis szelektivitására jellemző adatok, addig a csúcskiszélesedés a kolonna hatékonyságát jellemzi. A kolonnáról akkor mondhatjuk,

hogy hatékony, ha a csúcskiszélesedés olyan kicsi, hogy egyhez közeli α érték esetén (azaz kis retenciós idő különbségeknél) is képes elválasztani két komponensre. Az elválasztást jellemző, mindkét tényezőt magába foglaló mérőszám a **felbontás** (R):

$$R_{1,2} = \frac{t_{R'2} - t_{R'1}}{\frac{w_{b2}}{2} + \frac{w_{b1}}{2}} = 2 \frac{t_{R'2} - t_{R'1}}{w_{b2} + w_{b1}}$$

w_b : A csúcs alapvonalon mért szélessége

A 2-es index a nagyobb, az 1-es index pedig a kisebb retenciós idejű komponensre vonatkozik.

Ha két csúcs egyáltalán nem fed át, akkor **alapvonal elválasztásról** beszélünk. Az ennek megfelelő minimális R érték kb. 1,5.

Az ideális, Gauss görbe alakú csúcs esetén a csúcskiszélesedés mértéke a görbe standard deviációja (s). Mivel a csúcskiszélesedés, és így s is nő a retenciós idő növekedésével, ezért a kolonna hatékonyságának kiszámításakor mindkét paraméter figyelembe kell venni. Az így kapott kifejezés (a desztillációból vett analógiára) a **tányérszám** (n):

$$n = \left(\frac{t_R}{s}\right)^2$$

A gyakorlatban a tányérszám kiszámításakor a kromatogram alapján sokkal egyszerűbben meghatározható paramétereket alkalmazunk:

$$n = 16 \cdot \left(\frac{t_R}{w_b}\right)^2$$

w_b : A csúcs alapvonalon mért szélessége

$$w_b = 4 \cdot s$$

$$n = 5,545 \cdot \left(\frac{t_R}{w_h}\right)^2$$

w_h : A csúcsmagasság felénél mért ún. csúcs félérték-szélesség

$$w_h = 2,35482 \cdot s$$

Mivel az elválasztást az állófázisnak köszönhetjük, és a gázfázisban töltött idő (t_0) ehhez nem járul hozzá, ezért érdemes a kolonna hatékonyságának jellemzésére a tányérszám helyett az **effektív tányérszámot** (N) használni. Ez a tányérszámtól abban tér el, hogy a retenciós idő helyett a korrigált retenciós időt használjuk számításakor.

$$N = 16 \cdot \left(\frac{t_R'}{w_b} \right)^2 = 5,545 \cdot \left(\frac{t_R'}{w_h} \right)^2$$

Sok esetben, praktikus okokból, a csúcskiszélesedés mértékéül, azaz az oszlop hatékonyságának jellemzésére a tányérszám helyett az „egy elméleti tányérnak megfelelő oszlophossz”-t használják. Ezt a fogalmat általában a **HEPT** rövidítéssel jelölik. (HEPT: Height Equivalent to a Theoretical Plate)

$$H = \frac{L}{n}$$

H : HEPT

L : az oszlop hossza általában mm-ben kifejezve

A HEPT fogalma a desztillációban konkrét fizikai értelemmel bír, a gázkromatográfiában azonban csak a szeparációs folyamat során előrehaladó anyag hullám „szétkenődésének” leírását teszi szemléletessé. Minél kisebb az értéke, annál kisebb mértékű a csúcskiszélesedés, vagyis annál jobb, hatékonyabb az oszlop.

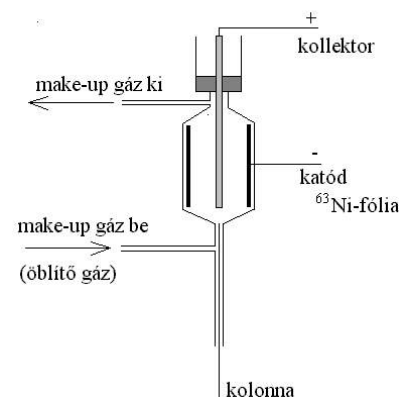
A kromatogram kiértékelése:

A kromatogramban a **minőségi információt** a retenciós adatok, a **mennyiségit** a csúcsok alatti területek hordozzák. Az egyes komponensek minőségének meghatározására azonban a retenciós adatok csak abban az esetben elegendőek, ha a mintában potenciálisan előforduló anyagokról már rendelkezünk információkkal egyéb forrásokból. Amennyiben ilyen információkkal nem rendelkezünk, akkor a komponensek azonosítása csak erre alkalmas detektorok (pl. MS, FTIR) használatával végezhető el.

A minta koncentrációja és az analitikai jel (csúcsterület) közötti kapcsolatot kalibráció segítségével határozzuk meg. A kromatogram csúcsainak területe a detektorba jutó anyag mennyiségének függvényében legtöbbször az origóból egyenesen induló, majd telítésbe hajló görbét ad. Mennyiségi elemzés céljaira a görbe egyenes szakasza alkalmazható. Mivel a detektorok érzékenysége minden anyagra más és más, ezért a kalibrációt minden meghatározandó komponensre külön-külön el kell végezni.

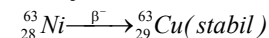
Az elektronbefogásos detektor

Az elektronbefogási detektor (ECD: electron capture detector) a nem destruktív ionizációs detektorok közé tartozik.



2. ábra: Az EC detektor elvi vázlatja

A detektor katódként (negatív pólus) β -sugárzó ^{63}Ni -fóliát tartalmaz, amely 100%-ban lágú β -sugárzó, felezési ideje 125 év:



A detektorban alkalmazott sugárforrás aktivitása 370 MBq. Ezt a sugárzást, már néhány mm-es acéllemez teljesen elnyeli. A ^{63}Ni -fóliából emittálódó β -részecskék energiája 67 keV, ezek a β -részecskék ütköznek a vivőgáz atomjaival. A rugalmas és rugalmatlan ütközések révén gyökökből, pozitív ionokból (N_2^+ , N_4^+ , Ar^+ , CH_4^+ ...) és termikus elektronokból álló plazma jön létre. Minden β -részecske 10^2 - 10^3 termikus elektront hoz létre, amelyek energiája átlagosan 2 - $5 \cdot 10^{-2}$ eV (Azaz nem rendelkeznek akkora energiával, hogy a nagy ionizációs potenciálú szervetlen és szerves molekulákat ütközés révén ionizálják.) Ezek az elektronok az anód (kollektor; pozitív pólus) felé haladva zárják az áramkört. Az áramvezetésben a pozitív ionok nem vesznek részt, mivel nagy a tömegük, így kicsi a mozgékonyaságuk az elektronokhoz képest. Ezért a zárt áramkörben egy nagyon kicsi, de jól mérhető alapáram folyik (10^{-12} A = 1 pA). A nagy elektronegativitású elemeket (F, Cl, O, Br) tartalmazó molekulák képesek abszorbeálni a vezetésben résztvevő elektronokat, tehát csökkentik azok számát. A keletkező anionok nagy tömegűek, kis mozgékonyaságúak, tehát az alapáram (I_0) lecsökken, a mért detektorjel az alapáramtól való eltérés ($R_i =$

I_0-I_i). A pillanatnyi áramerősség a koncentráció negatív kitevőjű exponenciális függvénye:

$$I_i = I_0 e^{-\kappa_i \Phi_i c_i}$$

κ_i : elektronabszorpciós együttható (cm^2/mol)
 Φ_i : a detektor konstrukciójára jellemző állandó
 c_i : a vegyület koncentrációja (mol/cm^3)

Tehát az ECD nem lineáris detektor. A detektor használatát az teszi lehetővé, hogy kis koncentrációk (10^{-2} - 10^2 $\mu\text{g}/\text{l}$) esetén szűk koncentrációtartományban az összefüggés egyenesen helyettesíthető:

$$I_i = I_0 (1 - \kappa_i \Phi_i c_i),$$

s így a detektorjel a koncentráció lineáris függvénye:

$$R_i = I_0 - I_i = I_0 \kappa_i \Phi_i c_i.$$

Az elektronabszorpciós együttható „ i ” anyagi minőségén kívül a detektor hőmérsékletétől is függ ($\kappa_i = f(T_{det})$), ezért az ECD detektort mindig azonos hőmérsékleten kell üzemeltetni. A detektor 350°C -ig problémamentesen használható.

Az ECD linearitási tartománya 3-4 nagyságrend fluor és klór tartalmú vegyületekre. Adott feladat esetén a lineáris tartományt meg kell határozni minden egyes mérendő vegyületre. A detektor szénhidrogénekre gyakorlatilag érzéketlen, halogéntartalmú, vagy nagy elektronvonzó-képességű csoportot (pl. $-\text{NO}_2$, konjugált rendszerek) tartalmazó vegyületek specifikus mérésére alkalmas. Lehetővé teszi a halogéntartalmú gázkromatográfiásan vizsgálható vegyületek mérését 10^{-12} - 10^{-15} g-ig. Az érzékenységet, s így a kimutatási határt a halogénatomok száma, valamint egyéb szerkezeti tényezők igen nagy mértékben befolyásolják.

Az ECD detektor működése szempontjából fontos szerepe van az alkalmazott vivőgáznak (eluens). A nemesgázok nem előnyösek, mert kis mennyiségben metastabil, gerjesztett állapotú nemesgázatomok is keletkeznek, s ezek ütközési ionizáció révén elektronegatív elemeket nem tartalmazó molekulákat (pl. szénhidrogének) is képesek ionizálni. Ez a jelenség lerontaná a detektor specifitását. Megfelelő eluens a nagy tisztaságú nitrogén és a hidrogén. A hidrogén előnye, hogy a detektor környezetében redukív atmoszférát teremt, s ezzel védi a Ni-fóliát a vivőgázban esetleg nyomokban előforduló oxigén korrodáló hatásától. A detektor működéséhez make-up gáz (öblítő gáz) szükséges, hogy a detektortér gyorsan kiürüljön, s ne lépjen fel többszörös ionizáció.

A detektor alkalmazásánál ügyelni kell arra, hogy csak halogénmentes oldószereket használjunk, mert a nagy érzékenység miatt még igen kis szennyezés is zavarja a mérést. A GC-ECD rendszerrel történő méréshez alkalmazott halogénmentes

oldószereket lehetőleg olyan helyiségben kell tárolni, ahol nem fordulnak elő klórozott oldószerek.

Robbanóanyagok meghatározása talajból

A robbanóanyagok

A robbanóanyagok analitikájának három fő területe a minőség-ellenőrzés, a gyártásuk, tárolásuk, ill. felhasználásuk során fellépő környezeti károkozás és a velük elkövetett bűncselekmények felderítése. Míg az első esetben a feladat a robbanóanyagban szennyezőként előforduló anyagok vizsgálata, addig az utóbbi két esetben a feladat magának a robbanóanyagnak (mint környezetszennyező anyagnak, ill. robbantási maradéknak) a meghatározása különböző környezeti mintákból.

Dinitro-toluol (DNT)

A technikai DNT főként 2,4- és 2,6-DNT keveréke. Leggyakrabban a TNT gyártásának melléktermékeként fordul elő a TNT tartalmú robbanóanyagokban. Használják lágyítóként is, lőporokban, dinamitokban. Mononitro-toluolból (MNT) állítják elő. A termék izomereloszlása a kiindulási anyag izomer-összetételétől függ. A 2,4 és 2,6-DNT főként az o,p-MNT-ből képződik.

Adatai:

Összegképlete: $\text{C}_7\text{H}_6\text{N}_2\text{O}_4$

Molekulatömege: 182,1

Olvadáspont: 2,4-DNT: 69°C

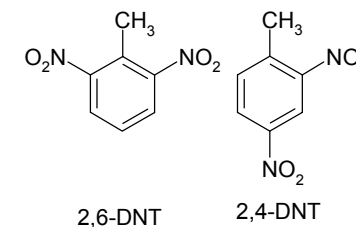
2,6-DNT: 65°C

Oldhatóság vízben:

2,4-DNT: 0,027 g/100 g víz

2,6-DNT: 0,018 g/100 g víz

A tiszta anyag halványsárga por.



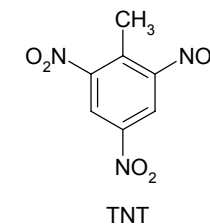
2,4,6-trinitro-toluol (TNT)

A technikai TNT főként 2,4,6-TNT-t tartalmaz, de mindig találhatóak mellette nem szimmetrikus TNT izomerek is. Az ipari TNT szennyezői között a TNT és DNT izomereken kívül előfordulnak DNB-izomerek, 1,3,5-TNB és 2,4,6-trinitro-xilol is. Próbálkoztak a gyártási eredet szennyezésprofil alapján történő azonosításával, de ugyanazon gyártótól származó két minta összetétele is jelentősen eltér, ezért az azonosításnak ezt a módját el kellett vetni. DNT nitrálásával állítják elő.

Adatai:

Összegképlete: $\text{C}_7\text{H}_5\text{N}_3\text{O}_6$

Molekulatömege: 227,1



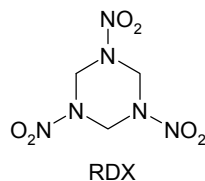
Olvadáspont: 80,9°C
 160°C felett bomlik
 Oldhatóság vízben: 0,013 g/100 g oldószer (130ppm)
 A tiszta anyag fehér vagy halványsárga kristály.

1,3,5-trinitro-1,3,5-triazaciklohexán (hexogén; RDX)

Az egyik legkorszerűbb brizáns (nagy rombolóerejű) robbanóanyag. Felhasználják többféle robbanóanyag készítéséhez, valamint lőszerkehez is. Előállítása urotropin nitrálásán alapszik.

Adatai:

Összegképlete: C₃H₆N₆O₆
 Molekulatömeg: 222,3
 Olvadáspont: 205°C
 Oldhatóság vízben: 0,006 g/100 g víz (60ppm)
 A tiszta anyag fehér kristály, erősen mérgező, már kis mennyiségben is halálos patkányméreg.

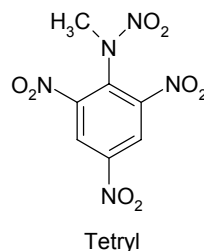


N-metil-N-2,4,6-tetranitro-anilin (Tetryl, Nitramin)

Mérgező, a bőrt vörösre színező robbanóanyag. Az iparban kétféle előállítási módja terjedt el. Az egyik esetben dimetil-anilint alakítanak szulfáttá, majd azt nitrálják. A másik esetben 2,4-dinitro-klór benzolból indulnak ki. Ez a módszer több lépésből áll ugyan, de kevésbé veszélyes, és előnyössé teszi az is, hogy a dinitro-klór benzol a festékipar egyik közti terméke.

Adatai:

Összegképlete: C₇H₅N₅O₈
 Molekulatömege: 287,15
 Olvadáspont: 129-131°C
 100°C felett bomlik
 Oldhatóság vízben: 0,02 g/100 ml víz
 A tiszta anyag fehér vagy halványsárga kristály.
 (Megjegyzés: Aki a robbanóanyagok adatait bemagolja, annak úgy is kell. Tudni kell azonban a neveiket és szerkezeti képleteiket.)



Feladat

A gyakorlat célja talajminta robbanóanyag tartalmának vizsgálata, a szennyezők azonosítása, ill. mennyiségük meghatározása. A minőségi azonosítás a retenciós idők alapján, a standard oldatokról és egy talajextraktumról felvett kromatogramok összehasonlításával, a mennyiségi meghatározás pedig a kalibrációs egyenesek alapján történik.

A talajminta előkészítése:

Mérjünk be kb., de pontosan 1 g talajt egy 40 ml-es fiolába. Pipetázzunk rá 10 ml acetont és 5 percre ultrahangos fürdőbe helyezzük. Egy fecskendő végére szűrő korongot helyezünk, a fecskendőbe 1-1,5 ml vízmentes Na₂SO₄-et teszünk. Az ultrahangos extrakció után leülepedett talajmintáról az extraktum tisztájából a fecskendőbe töltünk 1-2 ml, és a dugattyú segítségével átnyomjuk a Na₂SO₄-on és a szűrőn. Az így vízmentesített, és szűrt oldatból injektálunk.

A robbanóanyagok kalibrációs egyeneseinek egyenletei:

TNT: $A = -2074,12 + 1,9049 \cdot 10^6 \cdot c$
 RDX: $A = -2175,34 + 1,3542 \cdot 10^6 \cdot c$
 2,4-DNT: $A = -1142,25 + 1,4857 \cdot 10^6 \cdot c$
 2,6-DNT: $A = -1994,82 + 1,7556 \cdot 10^6 \cdot c$
 Tetryl: $A = -716,57 + 1,1278 \cdot 10^6 \cdot c$

Ahol

A: a megfelelő csúcs területe

c: a megfelelő robbanóanyag koncentrációja az extraktumban µg/ml mértékegységben

A gyakorlat során a következő kromatogramokat kell felvenni:

- ❖ Diklór-metán gőzének kromatogramja → holtidő meghatározása
- ❖ Az egyes robbanóanyagok (~1-1,6 ppm) metanolos oldatainak kromatogramjai (5 db) → retenciós idők meghatározása
- ❖ Az öt robbanóanyag mindegyikét tartalmazó (~1-1,6 ppm) metanolos oldat (robbanóanyag mix) kromatogramja → k, α, R, N, és H kiszámítása
- ❖ Talajminta kromatogramja → a talajban található robbanóanyagok minőségi és mennyiségi meghatározása

Kromatográfiai körülmények:

- GC: Chrompack CP 9001
- Oszlop: HP-1 30mx0,53 mm 0,88 µm filmvastagság
- Detektor: ECD, 300 °C
- T(injektor): 200 °C
- Hőmérsékletprogram: 125 °C (0 perc) → 10 °C/perc → 250 °C (5 perc)
- Range: 3

- Belépő nyomás: 30 kPa
- Vivőgáz: H₂ (tisztaság: 5.0)
- Make up gáz: N₂ (tisztaság: 5.0)
- Injektált mennyiség: 0,5 µl (+ a fecskendő tűjének térfogata: 0,8 µl)
- Adatfeldolgozás: MOSAIC

A jegyzőkönyvről (a minden gyakorlatra érvényes követelményeken kívül):

- a felvett kromatogramokat csatolni kell
- tartalmazza kromatográfiás körülményeket
- kiszámolandó:
 - k: minden robbanóanyagra
 - α , R: a kromatogramban szomszédos csúcspárok mindegyikére
 - N, H: egy tetszőleges csúcs alapján, a választott csúcs megjelölésével
 - A talajban talált robbanóanyagok megnevezése, koncentrációja (mg/kg)

!!! k, α és R számításához a szükséges retenciós időket a robbanóanyagok mindegyikét egyszerre tartalmazó oldat kromatogramjából kell venni, tehát **1 db közös kromatogramból** és véletlenül sem az 5db külön kromatogramból. !!!